

T 15

VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS

PCT

REC'D 03 AUG 2001

INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

(Artikel 36 und Regel 70 PCT)

9/937387

Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts 0000205pct	WEITERES VORGEHEN	siehe Mitteilung über die Übersendung des internationalen vorläufigen Prüfungsberichts (Formblatt PCT/IPEA/416)
Internationales Aktenzeichen PCT/EP00/01616	Internationales Anmelde datum (Tag/Monat/Jahr) 26/02/2000	Prioritätsdatum (Tag/Monat/Tag) 26/03/1999
Internationale Patentklassifikation (IPK) oder nationale Klassifikation und IPK C08K9/06		
Anmelder QUARZWERKE GMBH		

1. Dieser internationale vorläufige Prüfungsbericht wurde von der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 36 übermittelt.
2. Dieser BERICHT umfaßt insgesamt 4 Blätter einschließlich dieses Deckblatts.

Außerdem liegen dem Bericht ANLAGEN bei; dabei handelt es sich um Blätter mit Beschreibungen, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit vor dieser Behörde vorgenommenen Berichtigungen (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT).

Diese Anlagen umfassen insgesamt 2 Blätter.

3. Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:

- I Grundlage des Berichts
- II Priorität
- III Keine Erstellung eines Gutachtens über Neuheit, erfinderische Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit
- IV Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung
- V Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung
- VI Bestimmte angeführte Unterlagen
- VII Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung
- VIII Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung

TECHNOLOGY CENTER

RECEIVED

DEC 11 2001

EPO

Datum der Einreichung des Antrags 28/09/2000	Datum der Fertigstellung dieses Berichts 31.07.2001
Name und Postanschrift der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde:  Europäisches Patentamt D-80298 München Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d Fax: +49 89 2399 - 4465	Bevollmächtigter Bediensteter Andriollo, G Tel. Nr. +49 89 2399 8301



INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

Internationales Aktenzeichen PCT/EP00/01616

I. Grundlage des Berichts

1. Hinsichtlich der **Bestandteile** der internationalen Anmeldung (*Ersatzblätter, die dem Anmeldeamt auf eine Aufforderung nach Artikel 14 hin vorgelegt wurden, gelten im Rahmen dieses Berichts als "ursprünglich eingereicht" und sind ihm nicht beigefügt, weil sie keine Änderungen enthalten (Regeln 70.16 und 70.17)*):
Beschreibung, Seiten:

1-15 ursprüngliche Fassung

Patentansprüche, Nr.:

1-12 eingegangen am 02/02/2001 mit Schreiben vom 31/01/2001

Zeichnungen, Blätter:

3-5 ursprüngliche Fassung

1,2 eingegangen am 19/09/2000 mit Schreiben vom 02/06/2000

2. Hinsichtlich der **Sprache**: Alle vorstehend genannten Bestandteile standen der Behörde in der Sprache, in der die internationale Anmeldung eingereicht worden ist, zur Verfügung oder wurden in dieser eingereicht, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.

Die Bestandteile standen der Behörde in der Sprache: zur Verfügung bzw. wurden in dieser Sprache eingereicht; dabei handelt es sich um

- die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen Recherche eingereicht worden ist (nach Regel 23.1(b)).
- die Veröffentlichungssprache der internationalen Anmeldung (nach Regel 48.3(b)).
- die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen vorläufigen Prüfung eingereicht worden ist (nach Regel 55.2 und/oder 55.3).

3. Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten **Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz** ist die internationale vorläufige Prüfung auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das:

- in der internationalen Anmeldung in schriftlicher Form enthalten ist.
- zusammen mit der internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.
- bei der Behörde nachträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- Die Erklärung, daß das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.
- Die Erklärung, daß die in computerlesbarer Form erfassten Informationen dem schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen, wurde vorgelegt.

**INTERNATIONALER VORLÄUFIGER
PRÜFUNGSBERICHT**

Internationales Aktenzeichen PCT/EP00/01616

4. Aufgrund der Änderungen sind folgende Unterlagen fortgefallen:

- Beschreibung, Seiten:
 Ansprüche, Nr.:
 Zeichnungen, Blatt:

5. Dieser Bericht ist ohne Berücksichtigung (von einigen) der Änderungen erstellt worden, da diese aus den angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde über den Offenbarungsgehalt in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgehen (Regel 70.2(c)).

(Auf Ersatzblätter, die solche Änderungen enthalten, ist unter Punkt 1 hinzuweisen; sie sind diesem Bericht beizufügen).

6. Etwaige zusätzliche Bemerkungen:

V. Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung

1. Feststellung

Neuheit (N)	Ja: Ansprüche 1-12 Nein: Ansprüche
Erfinderische Tätigkeit (ET)	Ja: Ansprüche 1-12 Nein: Ansprüche
Gewerbliche Anwendbarkeit (GA)	Ja: Ansprüche 1-12 Nein: Ansprüche

2. Unterlagen und Erklärungen
siehe Beiblatt

V

Die vorliegende Anmeldung erfüllt die Erfordernisse der Artikel 33(2) und 33(3) PCT. Der Gegenstand der Ansprüche 1-12 erscheint neu und auf einer erfinderischen Tätigkeit beruhend im Hinblick auf den zitierten Stand der Technik. Keines der zitierten Dokumente erwähnt Silikatpartikel, die mit Polysiloxan-Polyether Copolymer beschichtet sind. Der Effekt dieser Beschichtung, nämlich eine Reduzierung des Staubverhaltens dieser Silikate war aus dem Stand der Technik nicht zu entnehmen.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Reduzierung des Staubverhaltens von Silikate, wobei das zerkleinerte Silikat mit einem Polysiloxan-Polyether-Copolymer oberflächenbeschichtet wird.
5
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß für die Beschichtung 0,1 bis 4 Gew.-% Polysiloxan-Polyether-Copolymer eingesetzt werden.
10
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß für die Beschichtung 0,5 bis 1,5 Gew.-% Polysiloxan-Polyether-Copolymer eingesetzt werden.
15
4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß als Silikat Calciummetasilikat eingesetzt wird.
20
5. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß als Silikat Wollastonit eingesetzt wird.
25
6. Silikat mit reduziertem Staubverhalten, dadurch gekennzeichnet, daß es mit Polysiloxan-Polyether-Copolymer oberflächenbeschichtet ist und die folgenden Eigenschaften aufweist:
 - spezifische Oberfläche (DIN66132-BET) 0,5 bis 1,5 m²/g
 - Staubanteil (nach Heubach) 500 bis 1200 mg/100g
7. Silikat nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß es ein Calciummetasilikat ist.
30
8. Silikat nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß es Wollastonit ist.

- 2 -

9. Silikat nach den Ansprüchen 6 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß es mit 0,1 bis 4 Gew.-% Polysiloxan-Polyether-Copolymer oberflächenbeschichtet ist.
- 5 10. Silikat nach den Ansprüchen 6 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß es mit 0,5 bis 1,5 Gew.-% Polysiloxan-Polyether-Copolymer oberflächenbeschichtet ist..
11. Verwendung des Silikates nach den Ansprüchen 6 bis 10 als verstärkender Füllstoff in Kunststoffen.
10
12. Verwendung nach Anspruch 11 als verstärkender Füllstoff in Kunststoffen ausgewählt aus der Gruppe Polyurethan, Polyamid und Polypropylen.

15

PCT/EP 00/01616

115

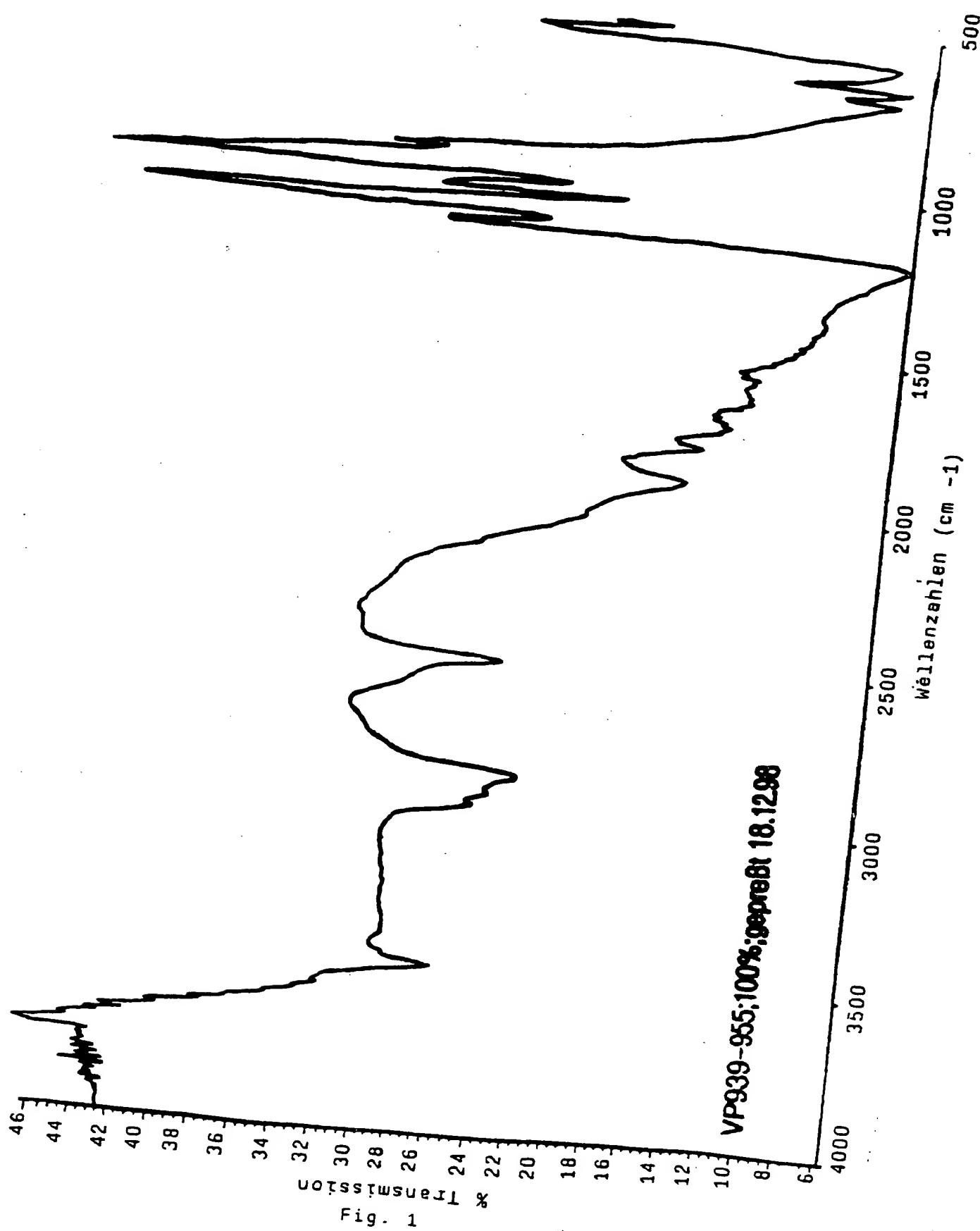


Fig. 1

RECTIFIED SHEET (RULE 91)
ISA/EP

PCT/EP 00/01616

215

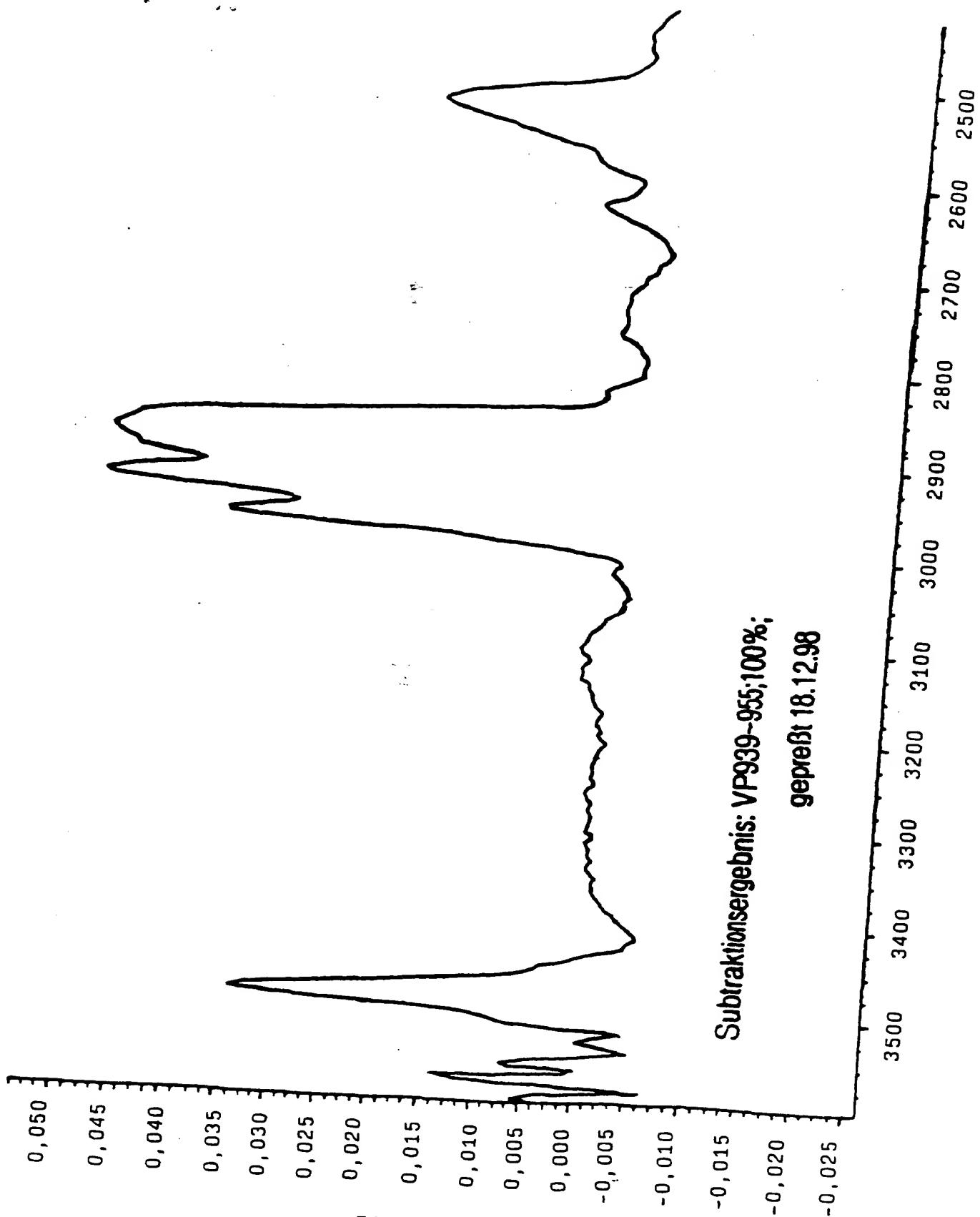


Figure 2

**VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT
AUF DEM GEBIET DES PATENTWEISSENS**

PCT

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

(Artikel 18 sowie Regeln 43 und 44 PCT)

Aktenzeichen des Annehmers oder Anwalts A000205pct	WEITERES VORGEHEN	siehe Mitteilung über die Übermittlung des internationalen Recherchenberichts (Formblatt PCT/ISA/220) sowie, soweit zutreffend, nachstehender Punkt 5
Internationales Aktenzeichen PCT/EP 00/01616	Internationales Anmelde datum (Tag/Monat/Jahr) 26/02/2000	(Frühestes) Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr) 26/03/1999
Annehmer QUARZWERKE GMBH		

Dieser internationale Recherchenbericht wurde von der Internationalen Recherchenbehörde erstellt und wird dem Annehmer gemäß Artikel 18 übermittelt. Eine Kopie wird dem Internationalen Büro übermittelt.

Dieser internationale Recherchenbericht umfaßt insgesamt 3 Blätter.

Darüber hinaus liegt ihm jeweils eine Kopie der in diesem Bericht genannten Unterlagen zum Stand der Technik bei.

1. Grundlage des Berichts

- a. Hinsichtlich der Sprache ist die internationale Recherche auf der Grundlage der internationalen Anmeldung in der Sprache durchgeführt worden, in der sie eingereicht wurde, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.
- Die internationale Recherche ist auf der Grundlage einer bei der Behörde eingereichten Übersetzung der internationalen Anmeldung (Regel 23.1 b)) durchgeführt worden.
- b. Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz ist die internationale Recherche auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das
- in der internationalen Anmeldung in schriftlicher Form enthalten ist.
- zusammen mit der internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.
- bei der Behörde nachträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- Die Erklärung, daß das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.
- Die Erklärung, daß die in computerlesbarer Form erfaßten Informationen dem schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen, wurde vorgelegt.

2. Bestimmte Ansprüche haben sich als nicht recherchierbar erwiesen (siehe Feld I).

3. Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung (siehe Feld II).

4. Hinsichtlich der Bezeichnung der Erfindung

- wird der vom Annehmer eingereichte Wortlaut genehmigt.
- wurde der Wortlaut von der Behörde wie folgt festgesetzt:

5. Hinsichtlich der Zusammenfassung

- wird der vom Annehmer eingereichte Wortlaut genehmigt.
- wurde der Wortlaut nach Regel 38.2b) in der in Feld III angegebenen Fassung von der Behörde festgesetzt. Der Annehmer kann der Behörde innerhalb eines Monats nach dem Datum der Absendung dieses internationalen Recherchenberichts eine Stellungnahme vorlegen.

6. Folgende Abbildung der Zeichnungen ist mit der Zusammenfassung zu veröffentlichen: Abb. Nr. _____

- wie vom Annehmer vorgeschlagen
- weil der Annehmer selbst keine Abbildung vorgeschlagen hat.
- weil diese Abbildung die Erfindung besser kennzeichnet.

keine der Abb.

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

EP 00/01616

A. KLASIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 7 C08K9/06

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 C08K

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
P, X	EP 0 913 431 A (TODA KOGYO CORP) 6. Mai 1999 (1999-05-06) Seite 7, Zeile 15 -Seite 8, Zeile 32 Seite 11, Zeile 35 - Zeile 54 ---	1-14
X	DE 34 39 745 A (LUGATO CHEMIE DR BUECHTEMANN G) 15. Mai 1985 (1985-05-15) Seite 4, Absatz 4 -Seite 6, Absatz 1 ---	1-3, 5-14
X	US 4 184 880 A (HUBER PETER ET AL) 22. Januar 1980 (1980-01-22) Anspruch 1 ---	1-3, 5-14
X	EP 0 843 029 A (BAYER AG) 20. Mai 1998 (1998-05-20) Ansprüche 1,2 ---	1-3, 5-12
		-/-

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

Siehe Anhang Patentfamilie

- * Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :
 "A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
 - "E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
 - "L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
 - "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
 - "P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist
- "T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
- "X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfindenscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden
- "Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfindenscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist
- "&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	Absendedatum des internationalen Recherchenberichts
---	---

7. Juli 2000

02/08/2000

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Bevollmächtigter Bediensteter
---	-------------------------------

Andriollo, G

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

EP 00/01616

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 129, no. 7, 17. August 1998 (1998-08-17) Columbus, Ohio, US; abstract no. 82241, METCALFE, E.: "Silicon-based flame retardants" XP002142088 Zusammenfassung & RECENT ADV. FLAME RETARD. POLYM. MATER., Bd. 8, 1997, Seiten 129-135, ---	1-3, 5-12
X	GB 2 284 214 A (GEN ELECTRIC) 31. Mai 1995 (1995-05-31) Seite 8, Zeile 10 - Zeile 30 ---	1, 7, 13, 14
A	EP 0 591 676 A (KIMBERLY CLARK CO) 13. April 1994 (1994-04-13) -----	1, 4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

EP 00/01616

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)		Publication date
EP 0913431 A	06-05-1999	JP	11323174 A	26-11-1999
DE 3439745 A	15-05-1985	NONE		
US 4184880 A	22-01-1980	DE	2641699 A	23-03-1978
		CA	1087336 A	07-10-1980
		FR	2364951 A	14-04-1978
		GB	1564252 A	02-04-1980
		JP	962460 C	20-07-1979
		JP	53042243 A	17-04-1978
		JP	53044504 B	29-11-1978
EP 0843029 A	20-05-1998	DE	19647571 A	20-05-1998
		CN	1184869 A	17-06-1998
		JP	10168657 A	23-06-1998
		US	5969008 A	19-10-1999
GB 2284214 A	31-05-1995	DE	4442158 A	01-06-1995
		FR	2713233 A	09-06-1995
		JP	7216234 A	15-08-1995
EP 0591676 A	13-04-1994	AU	660564 B	29-06-1995
		AU	4893393 A	27-01-1994
		AU	674181 B	12-12-1996
		AU	5357794 A	09-05-1994
		CA	2090793 A	10-04-1994
		CA	2146750 A	28-04-1994
		CN	1089209 A, B	13-07-1994
		CN	1216308 A	12-05-1999
		CN	1225399 A	11-08-1999
		DE	69319607 D	13-08-1998
		DE	69319607 T	05-11-1998
		EP	0663934 A	26-07-1995
		ES	2121098 T	16-11-1998
		JP	6200465 A	19-07-1994
		JP	8502097 T	05-03-1996
		MX	9306259 A	29-04-1994
		WO	9409066 A	28-04-1994
		US	5665803 A	09-09-1997
		ZA	9306315 A	23-03-1994

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

NOTIFICATION OF THE RECORDING
OF A CHANGE(PCT Rule 92bis.1 and
Administrative Instructions, Section 422)

Date of mailing (day/month/year) 10 November 2000 (10.11.00)	To: GODEMEYER, Thomas Sternagel, Fleischer, Godemeyer & Partner An den Gärten 7 D-51491 Overath ALLEMAGNE
Applicant's or agent's file reference A000205pct	IMPORTANT NOTIFICATION
International application No. PCT/EP00/01616	International filing date (day/month/year) 26 February 2000 (26.02.00)

1. The following indications appeared on record concerning:

the applicant the inventor the agent the common representative

Name and Address GODEMEYER, Thomas An den Gärten 7 D-51491 Overath Germany	State of Nationality	State of Residence
	Telephone No. +49 2206 81987	
	Facsimile No. +49 2206 83749	
	Teleprinter No.	

2. The International Bureau hereby notifies the applicant that the following change has been recorded concerning:

the person the name the address the nationality the residence

Name and Address GODEMEYER, Thomas Sternagel, Fleischer, Godemeyer & Partner An den Gärten 7 D-51491 Overath Germany	State of Nationality	State of Residence
	Telephone No. +49 2206 81987	
	Facsimile No. +49 2206 83749	
	Teleprinter No.	

3. Further observations, if necessary:

The indication of a new company's name of the agent on the Demand (Form PCT/IPEA/401) has been considered a request for recording a change under Rule 92bis. In case of disagreement, the International Bureau should be notified immediately.

4. A copy of this notification has been sent to:

<input checked="" type="checkbox"/> the receiving Office	<input type="checkbox"/> the designated Offices concerned
<input type="checkbox"/> the International Searching Authority	<input checked="" type="checkbox"/> the elected Offices concerned
<input checked="" type="checkbox"/> the International Preliminary Examining Authority	<input type="checkbox"/> other:

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland Facsimile No.: (41-22) 740.14.35	Authorized officer F. Baechler Telephone No.: (41-22) 338.83.38
---	---



(51) Internationale Patentklassifikation: C08K 9/06		A1	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 00/58396 (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 5. Oktober 2000 (05.10.00)
<p>(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP00/01616</p> <p>(22) Internationales Anmeldedatum: 26. Februar 2000 (26.02.00)</p> <p>(30) Prioritätsdaten: 199 13 810.9 26. März 1999 (26.03.99) DE</p> <p>(71) Anmelder (<i>für alle Bestimmungsstaaten ausser US</i>): QUARZWERKE GMBH [DE/DE]; Kaskadenweg 40, D-50226 Frechen (DE).</p> <p>(72) Erfinder; und</p> <p>(75) Erfinder/Anmelder (<i>nur für US</i>): FENTEN, Norbert [DE/DE]; Widdendorfer Strasse 21, D-50189 Elsdorf (DE). WOLF, Wilfried [DE/DE]; Am Maria Born 28a, D-50354 Hürth (DE).</p> <p>(74) Anwalt: GODEMEYER, Thomas; An den Gärten 7, D-51491 Overath (DE).</p>		<p>(81) Bestimmungsstaaten: AE, AL, AU, BA, BB, BG, BR, CA, CN, CR, CU, CZ, DM, EE, GD, GE, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KP, KR, LC, LK, LR, LT, LV, MA, MG, MK, MN, MX, NO, NZ, PL, RO, RU, SG, SI, SK, SL, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).</p> <p>Veröffentlicht</p> <p><i>Mit internationalem Recherchenbericht. Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen Frist; Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen eintreffen.</i></p>	

(54) Title: METHOD OF REDUCING THE DUST GENERATION OF SILICATES

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR REDUZIERUNG DES STAUBVERHALTENS VON SILIKATEN

(57) Abstract

The invention relates to a method for reducing the dust generation of silicates, according to which the crushed silicate is surface-coated with a polyorganosiloxane. The invention also relates to a silicate with reduced dust generation and to the use of said silicate as reinforcing filler in plastic materials.

(57) Zusammenfassung

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Reduzierung des Staubverhaltens von Silikaten, wobei das zerkleinerte Silikat mit einem Polyorganosiloxan oberflächenbeschichtet wird. Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Silikat mit reduziertem Staubverhalten sowie die Verwendung des Silikates als verstärkender Füllstoff in Kunststoffen.

LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidschhan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland	ML	Mali	TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	MN	Mongolei	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MR	Mauritanien	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MW	Malawi	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MX	Mexiko	US	Vereinigte Staaten von Amerika
CA	Kanada	IT	Italien	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NL	Niederlande	VN	Vietnam
CG	Kongo	KE	Kenia	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NZ	Neuseeland	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	PL	Polen		
CM	Kamerun	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CN	China	KZ	Kasachstan	RO	Rumänien		
CU	Kuba	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
CZ	Tschechische Republik	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DE	Deutschland	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
DK	Dänemark	LR	Liberia	SG	Singapur		
EE	Eesti						

Verfahren zur Reduzierung des Staubverhaltens von Silikaten

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Reduzierung des Staubverhaltens von Silikaten. Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Silikat mit reduziertem Staubverhalten.

Silikate, insbesondere nadelförmige Silikate wie beispielsweise Wollastonit, ein Ketten silikat, werden als verstärkende Füllstoffe für Kunststoffanwendungen eingesetzt.

10

Bei Wollastonit handelt es sich um ein natürliches Calciumsilikat der Formel $\text{Ca}_3[\text{Si}_3\text{O}_9]$. Monokliner Wollastonit besteht aus SiO_4 -Tetraedern, die in Anordnung von Dreierketten der Formel $[\text{Si}_3\text{O}_9]^{6-}$ verbunden sind: Dabei sind die einzelnen Ketten durch Ca^{2+} -Ionen miteinander verbunden. Dies erklärt, weshalb die Partikel des Wollastonits eine nadelförmige Struktur aufweisen können.

Wollastonit besitzt weiterhin vorteilhafte Stoffeigenschaften. Hierzu gehört beispielsweise das Fehlen von chemisch gebundenem Wasser, welches in anderen wasserenthaltenen Silikaten dazu führt, daß sich die Struktur beim Erhitzen durch Wasserverlust verändert. Dies würde im Falle der Einarbeitung in Kunststoffe dazu führen, daß ein verstärkender Effekt nicht mehr erzielt würde. Weitere Vorteile sind der geringe Schrumpfungsgrad beim Trocknen und beim Erhitzen, ein sehr geringer Expansionskoeffizient und gute mechanische Eigenschaften der hergestellten Kunststoffprodukte, die Wollastonit enthalten. Neben der Anwendung als Additiv für Kunststoffe wird Wollastonit auch verwendet zur Herstellung von keramischen Produkten, Sanitärtikeln und Porzellan.

Die vorliegende Erfindung betrifft vorwiegend den Einsatz des Wollastonites in Kunststoffen.

Dabei wird der Wollastonit als Füllstoff hergestellt durch Mahlung des gewonnenen Wollastonites mit nachfolgender Windsichtung. Man erhält dann nadelförmige

ge Wollastonitteilchen, die entweder direkt in die Kunststoffmischung eingearbeitet werden oder in Form von polymeren Vormischungen mit Anteilen von 10 bis 40 Gew. % Wollastonit in die Kunststoffe eingearbeitet werden. Aufgrund der nadelförmigen Struktur des Wollastonites erzielt man eine erhebliche Verbesserung der mechanischen Eigenschaften im Kunststoff und bei den daraus hergestellten Kunststoffformteilen.

Zusätzlich wird gemäß dem Stand der Technik der Wollastonit häufig mit Silanverbindungen beschichtet, um eine bessere Einbindung in das Kunststoffmaterial zu erzielen. Dabei werden beispielsweise Oberflächenbeschichtungen mit Aminosilan, Epoxysilan, Methacrylsilan, Trimethylsilan, Vinylsilan oder Alkylsilan vorgenommen.

Diese Silikatmaterialien des Standes der Technik besitzen jedoch den Nachteil, daß sie aufgrund der durch die Silanbeschichtung erhöhten Dispersität eine verstärkte Staubbildung aufweisen. Die Staubanteile sind feinstteilige Silikatteilchen, die im wesentlichen keine nadelförmige Struktur mehr aufweisen und daher im Kunststoff keinerlei Verstärkungseffekte bewirken können. Dies bedeutet, daß ein Teil des eingesetzten Silikatfüllstoffs nicht wirksam ist und lediglich als nicht verstärkender pulverförmiger Füllstoff wirkt.

Man hat versucht, diesen Nachteil zunächst dadurch zu beheben, daß man den Wollastonit verschiedenen Verfahren unterzogen hat, um das Staubverhalten zu mindern. Derartige Verfahren sind jedoch relativ kostenaufwendig und teuer und führen daher zu einer erheblichen Verteuerung dieses Rohstoffes, so daß er aus Kostengründen als verstärkender Füllstoff für Kunststoffe uninteressant wird. Damit ist dieser Rohstoff zu anderen Rohstoffen, wie Glasfasern oder anderen Fasermaterialien, die ebenfalls als verstärkende Füllstoffe eingesetzt werden, nicht mehr konkurrenzfähig.

Die technische Aufgabe der Erfindung war es daher, ein einfaches Verfahren zur Reduzierung des Staubverhaltens von Silikaten, insbesondere von Wollastonit

zur Verfügung zu stellen, das möglichst kostengünstig durchführbar ist und zu einer erheblichen ~~Ver~~ ~~ringung~~ des Staubverhaltens des Wollastonites führt.

- Dieses technische Aufgabe wird dadurch gelöst, daß man das zerkleinerte Silikat, insbesondere den Wollastonit mit einem Polyorganosiloxan oberflächenbeschichtet.

Es wurde nämlich gefunden, daß im Gegensatz zu bisherigen Oberflächenbeschichtungen aus Silanen die Beschichtung mit Polyorganosiloxanen zu einer erheblichen Verminderung des Staubverhaltens von weit über 50 % gegenüber den Materialien des Standes der Technik führt. Die Oberflächenbeschichtung der Silikate ist ein einfacher kostengünstiger Prozeß. So werden die entsprechenden Oberflächenbeschichtungsmittel üblicherweise durch Mischen des Materials in einem Fluidmischer oberflächlich aufgebracht. Weiterhin ist diese Technik bei der Beschichtung mit entsprechenden Silanverbindungen bereits erprobt. Durch diese einfache Methode, das Staubverhalten der Silikate zu vermindern, sind die bisherigen mehrstufigen physikalischen Verfahren zur Verminderung des Staubverhaltens nicht mehr notwendig und können auf einfache Weise ersetzt werden.

Dabei war es besonders erstaunlich, daß eine Reduzierung des Staubverhaltens bei der Oberflächenbeschichtung mit entsprechenden Silanverbindungen nicht oder nur in geringem Maße eintritt, während die Beschichtung mit Polyorganosiloxanen zu signifikanten Verminderungen des Staubverhaltens führt. Hierzu wurden entsprechende Vergleichsversuche durchgeführt, die im experimentellen Teil der Anmeldung weiter beschrieben werden.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform wird für die Oberflächenbeschichtung ein Polyorganosiloxan in einer Menge von 0,1 bis 4 Gew.-%, besonders bevorzugt 0,5 bis 1,5 Gew.-% eingesetzt. Als besonders bevorzugtes Polyorganosiloxan wird ein Polysiloxan-Polyether-Copolymer eingesetzt.

Wie bereits weiter oben erwähnt wurde, läßt sich mit diesen Polyorganosiloxanen das Staubverhalten von Silikaten, insbesondere Calciummetasilikaten und ganz besonders bevorzugt Wollastoniten reduzieren.

- 5 Überraschenderweise stellte sich hierbei heraus, daß durch die staubreduzierende Oberflächenbeschichtung eine gute Einbindung des Füllstoffes in das Kunststoffmaterial erzielt wurde. Durch Verwendung der erfindungsgemäßen Polyorganosiloxanverbindungen wird hier derselbe Effekt erreicht wie mit entsprechenden funktionellen Silanverbindungen, die aus dem Stand der Technik bekannt sind.

10

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Silikat mit reduziertem Staubverhalten, das mit einem Polyorganosiloxan oberflächenbeschichtet ist, einen Staubanteil nach Heubach von 500 bis 1200 mg/100 g besitzt und wobei das Silikat eine spezifische Oberfläche gemessen nach DIN 66132-BET von 0,5 bis 1,5 m²/g hat.

15

In bevorzugter Weise handelt es sich bei dem Silikat um ein Calciummetasilikat, besonders bevorzugt um einen Wollastonit. Das Silikat ist bevorzugt mit 0,1 bis 4 Gew.-%, besonders bevorzugt 0,5 bis 1,5 Gew.-% Polyorganosiloxan oberflächenbeschichtet. Als Oberflächenbeschichtungsmittel wird bevorzugt ein Polysiloxan-Polyether-Copolymer eingesetzt. Das Silikat wird als verstärkender Füllstoff in Kunststoffen, insbesondere Polyurethan, Polyamid und Polypropylen, eingesetzt. Die Herstellung des Silikates erfolgt durch Mahlen des Wollastonits auf einer entsprechenden Zerkleinerungsanlage wie beispielsweise einer Gegenstrahlprallmahlranlage. Das zerkleinerte Fertigprodukt wird dann aus der Zerkleinerungsanlage entnommen und in einem Fluidmischer mit dem Polyorganosiloxan oberflächenbeschichtet. Diese Beschichtung erfolgt bei Temperaturen zwischen 40 und 100 °C infolge Reibungswärme. Nach dem Beschichten wird das Material auf Raumtemperatur gekühlt. Man erhält als Endprodukt einen staubarmen beschichteten Wollastonit mit den oben angegebenen Eigenschaften.

20

In den nachfolgenden Figuren wird das erfindungsgemäße Produkt näher gekennzeichnet.

Fig 1 zeigt ein FTIR-Spektrum des erhaltenen Produktes als Pressling. Die Figur zeigt die Transmissionen in % in Abhängigkeit von der Wellenzahl in cm^{-1} .

5 Fig. 2 zeigt ein weiteres FTIR-Spektrum des erhaltenen Produktes. Die Auswertung erfolgt als Darstellung der Absorption in Abhängigkeit von der Wellenzahl in cm^{-1} . Der Rohstoff Wollastonit wurde aus dem FTIR-Spektrum mathematisch subtrahiert.

10 Fig. 3 zeigt den Gewichtsanteil des erfindungsgemäßen Produktes in Abhängigkeit von der Nadellänge. Dabei ist die Nadellänge in Nadellängenklassen in μm angegeben.

15 Fig. 4 zeigt den Gewichtsanteil des erfindungsgemäßen Produktes in Abhängigkeit des Nadeldurchmessers. Der Nadeldurchmesser wird in Nadeldurchmesserklassen in μm angegeben.

20 Fig. 5 zeigt schließlich das mittlere Länge-Durchmesser-Verhältnis des erfindungsgemäßen Produktes in Abhängigkeit von der Nadellänge. Die Nadellänge ist in Nadellängenklassen in μm angegeben.

Dieses Material wird bevorzugt als verstärkender Füllstoff in Kunststoffen eingesetzt und führt hier zu einer Verbesserung der mechanischen Eigenschaften, insbesondere der Zugfestigkeit und der Versteifung des Verbundstoffes. Besonders
25 bevorzugt erfolgt der Einsatz als verstärkender Füllstoff in Kunststoffen ausgewählt aus der Gruppe Polyurethan, Polyamid, Polypropylen. Weitere Vorteile liegen in einer hohen Durchsatzleistung am Extruder aufgrund guter Dispergierbarkeit und hoher Wärmeleitfähigkeit des Materials, geringerer Schwindung und höherer Maßhaltigkeit der Wollastonit-haltigen polymeren Vormischung durch Ver-
30 kleinerung des linearen Ausdehnungsqueffizienten. Die mit dem Material als verstärkendem Füllstoff hergestellten Kunststoffteile besitzen eine exzellente Oberflächenqualität aufgrund der feinteiligen Nadelstruktur des Materials. Weiterhin

wird die Wärmeformbeständigkeit verbessert und die Kriechneigung verringert. Durch den Einsatz der verstärkenden Füllstoffe wird auch eine Erhöhung der Oberflächenhärte der Vormischung, bedingt durch die Härte des Füllstoffes erzielt, mit einer optimalen Einbindung des Materials in den Kunststoff.

5

Die nachfolgenden Beispiele sollen die Erfindung näher erläutern, ohne sie zu beschränken.

BEISPIELE

Beispiel 1

5 Herstellung des mit Polyorganosiloxan beschichteten Wollastonits

1000 kg Wollastonit werden auf einer Gegenstrahlprallmahlalage (Majac) zerkleinert. Die Strahlmühle arbeitet mit 2 Borcarbiddüsen und einem Arbeitsdruck von 7 bar. Der Sichter zum Abscheiden nicht zerkleinerter Grobpartikel wird mit 10 einer Drehzahl in Höhe von 1800 U/min betrieben. Die Abscheidung des Fertigproduktes erfolgt im Filter.

75 kg des so zerkleinerten Wollastonits werden in einem Thyssen-Henschel-Fluidmischer FM250D mit 750 g eines Polysiloxan-Polyether-Copolymers 15 (TEGOSTAB B 8427, TH. GOLDSCHMIDT AG, Essen) beschichtet.

Die Drehzahl der Mischwerkzeuge (Bodenräumer, Fluidisierflügel, Hornwerkzeuge) beträgt 1200 U/min. Der Fluidmischer ist doppelwandig und ermöglicht das Einstellen bestimmter Temperaturprofile unabhängig von der Reibungswärme 20 durch indirekte Beheizung mit heißem Wasser bzw. Wasserdampf. Das im Wollastonit eingestellte Temperaturprofil erreicht 80 °C.

Anschließend wird der beschichtete Wollastonit mit einer Materialtemperatur von 80 °C in einem doppelwandigem Kühlmischer (Thyssen-Henschel Typ 650) auf 25 Raumtemperatur gekühlt. Die Mischwerkzeuge sind vergleichbar den Mischwerkzeugen des Fluidmischers. Die Drehzahl beträgt 140 U/min.

Man erhält als Endprodukt einen staubarmen, beschichteten Wollastonit.

30 Figur 1 zeigt ein FTIR-Spektrum des erhaltenen Produktes als Preßling. Die Figur zeigt die Transmissionen in % in Abhängigkeit von der Wellenzahl in cm⁻¹. Die

Schwingungsbanden sind charakteristisch für das System Wollastonit beschichtet mit Polyorganosiloxanen.

Die Figur 2 zeigt ein weiteres FTIR-Spektrum des erhaltenen Produktes. Die Auswertung erfolgte als Darstellung der Absorbtion in Abhängigkeit von der Wellenzahl in cm^{-1} . Es wurde nur die Wellenzahl von 2.400 bis 3.600 erfaßt und im Rahmen der vorliegenden Analyse der Rohstoff Wollastonit aus dem FTIR-Spektrum mathematisch substrahiert. Als Folge davon zeigt Figur 2 lediglich die Schwingungsbanden der Oberflächenbeschichtung, nämlich des Polyorganosiloxanes auf der Oberfläche von Wollastonit insbesondere im Bereich von 2.800 - 3.100 Wellenzahlen. In diesem Wellenzahlbereich sind insbesondere die CH-Schwingungen typisch. Die so erhaltene Abbildung ist daher ein charakteristischer Fingerabdruck für das Oberflächenadditiv und beschreibt die besondere Struktur des verwendeten Polyorganosiloxans.

15

Die Figuren 3, 4 und 5 charakterisieren das erhaltene Produkt bezüglich der Nadellänge (Figur 3), des Nadeldurchmessers (Figur 4) und des mittleren L/D-Verhältnisses (Länge-Durchmesser), in Abhängigkeit von der Nadellänge (Figur 5).

20

Beispiel 2

Staubmessung

25 In diesem Beispiel wurde das gemäß Beispiel 1 hergestellte erfindungsgemäße Produkt im Vergleich zu Produkten des Standes der Technik auf ihr Staubverhalten untersucht. Im einzelnen wurden folgende Produkte geprüft:

- a) Wollastonit gemäß Beispiel 1
- b) Wollastonit ohne Additiv (Stand der Technik)
- c) Wollastonit mit Aminosilan als Additiv (Stand der Technik)

Die Bestimmung des Staubverhaltens wurde mit folgender Methode vorgenommen:

1. Staubmessung mit dem Dustmeter nach Heubach
2. Bestimmung der spezifische Oberfläche DIN 66132 - BET

1. Staubmessung mit dem Dustmeter nach Heubach

Für die Untersuchung wird ein Heubach-Dustmeter, eine Analysenwaage sowie ein Filter GF 92 (S + S) eingesetzt. Das Meßgerät besteht aus Basisgerät mit Luftmessung (Volumen, Temperatur, Antriebsmotor, Vakuumdruckpumpe). Es enthält Ausleger mit

- Haltern für Aufbauten
- Staubentwicklungsgefäß
- Grobabschneider
- Luftfiltrationsgefäß

a) Montage

Das Saugrohr mit Schlaucholive wird fest auf den Gewindestutzen geschraubt, das Stabilisator-Rohr auf den Zapfen gesteckt, mit dem Klemmkloben fixiert und der Fuß an den Rohrenden befestigt. Die kurzen Stativstangen können an jeder Stelle des Auslegers fixiert werden. Mit Hilfe der Doppelmuffe und der Stativklemme wird der gewünschte Aufbau erstellt.

b) Funktion und Arbeitsweise

Die zu prüfende Substanz wird im rotierenden Staubentwicklungsgefäß in Bewegung gehalten. Der Staub wird von einem axial eintretenden Luftstrom erfaßt und passiert einen Grobabschneider aus Glas, in dem grobe, nicht flugfähige Partikel sedimentieren. Der im Luftstrom verbleibende Staub wird auf einem Filter abgeschieden. Den zur Prüfung erforderlichen Luftdruck erzeugt eine Vakuum-Druck-Pumpe; druckseitig erfolgt die Luftmengenmessung.

c) Durchführung der Messung

Einstellung des gewünschten Luftdurchflusses :

5

Empfohlen wird ein Luftvolumen von 100 l bei einer Meßdauer von 5 min (20 l/min).

- Eine Einheit des Zählwerkes entspricht 0,1 l, d. h. für z. B. 100 l Luft sind am
- 10 Sollwertsteller des vierstelligen Zählwerkes "1000" vorzuwählen. Das mit Filterpapier belegte Luffiltrationsgefäß wird mit der Pumpe verbunden, das Nadelventil am Flowmeter ganz geöffnet, Netzschalter betätigt, Wahlschalter ausgerastet (Automatikbetrieb), am Sollwertsteller 20 l ("0200") vorgewählt. Nach Drücken der Taste "Start" setzt sich die Pumpe in Betrieb und schaltet nach 20 l selbsttätig ab. Das Nadelventil an der Pumpe wird soweit geschlossen bzw. geöffnet, bis die
- 15 vorgewählten 20 l in genau 1 min. gefördert werden. Sämtliche weiteren Messungen erfolgen jetzt mit einem Durchfluß von 20 l Luft/min.

d) Staubmessung

20

Das abgewogene Prüfgut wird in das Staubentwicklungsgefäß eingebracht; je nach Schüttdichte 25 g, 50 g oder 100 g. Bis zu einer Schüttdichte von 0,5 g/ml sollte die Einwaage 25 g bzw. 50 g betragen, darüber 100 g.

- 25 Vor Beginn der Messung wird das mit Filterpapier belegte Luffiltrationsgefäß ausgewogen (m_1). Am vierstelligen digitalen Sollwertsteller ist die gewünschte Luftmenge vorgewählt. Wenn alle Verbindungen vom Staubentwicklungsgefäß bis zur Pumpe hergestellt sind, drückt man die Taste "Start" und setzt sowohl den Getriebemotor als auch die Pumpe in Betrieb. Ist die vorgewählte Luftmenge erreicht,
- 30 wird beides automatisch gestoppt. Erneutes Auswiegen des Filtrationsgefäßes ergibt m_2 . Der am Filter verbleibende Gummistopfen sollte vor der Wägung außen mit Putzpapier gereinigt werden.

e) Standard-Meßbedingungen für QW-Produkte

- Die das Meßgerät durchströmende Luft wird immer durch einen vorgeschalteten
 5 Trockenturm gefahren, um den Einfluß der Luftfeuchtigkeit auf die Staubentwick-
 lung auszuschalten.

Luftvolumen : 20 l/min.
 Meßdauer : 5 min.
 10 Einwaage : 50 g
 Filter : GF 92, Schleichter & Schüll

f) Auswertung

- 15 Die Staubungszahl "s" entspricht der von 100 g Prüfgut bei den normierten Be-
 dingungen entwickelten Staubmenge in mg.

Sie wird nach folgender Gleichung berechnet :

$$s = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 10^5$$

Hierin bedeuten :

- 25 m_0 Einwaage in g der Probe
 m_1 Masse des Filtergehäuses mit eingelegtem Filter vor der Messung
 m_2 Masse des Filtergehäuses mit eingelegtem Filter nach der Messung

- Die Staubungszahl "s" aller drei Proben wurde ermittelt. Die Tabelle 1 zeigt die
 30 Staubungszahl in mg/100 g.

Tabelle 1:

Material	Staubungszahl [mg/100 g]
Wollastonit nach Beispiel 1	700
Wollastonit ohne Additiv	1.200
Wollastonit mit Aminosilan	1.500

Aus Tabelle 1 ist zu ersehen, daß der Wollastonit gemäß Beispiel 1 eine um mehr als 50 % niedrigere Staubzahl aufweist als der Wollastonit gemäß dem Stand der Technik, der mit Aminosilan beschichtet ist.

2. Bestimmung der spezifischen Oberfläche nach DIN 66132 - BET

In dem nachfolgenden Versuch wurde die spezifische Oberfläche des Wollastonit gemäß Beispiel 1 sowie der Vergleichsprodukte aus dem Stand der Technik ermittelt. Die spezifische Oberfläche ist bei Materialien besonders hoch, die einen hohen Staubanteil enthalten, da der Staub eine große spezifische Oberfläche besitzt. Für die drei Produkte konnten folgende Daten ermittelt werden, die in Tabelle 2 dargestellt sind.

Tabelle 2:

Material	spez. Oberfläche [m ² /g]
Wollastonit nach Beispiel 1	0,8
Wollastonit mit Aminosilan	1,2

Aus der Tabelle 2 ist zu ersehen, daß die spezifische Oberfläche des erfundenen Produktes geringer ist als die spezifische Oberfläche des Wollastonits mit Aminosilan.

Beispiel 3

Herstellung eines Formteiles aus Kunststoff (Polyurethan) mit verstärkendem Füllstoff Wollastonit

5

Mit dem Wollastonit-Produkt aus Beispiel 1 sowie mit einem Vergleichsprodukt, nämlich Wollastonit mit Aminosilan beschichtet, wurde ein Kunststoffformteil folgender Zusammensetzung hergestellt :

10 Polyol

Polyether	64,4 Gew.Tl Glycerin / 85 PO / 15 EO, OHZ = 35
Diethyltoluylen diamin	35 Gew.Tl
Diazabicyclooctan	0,5 Gew.Tl
Dibutylzimtdilaurat	0,1 Gew.Tl

15

Semiprepolymer

Polyether	Glycerin / 85 PO / 15 EO , OHZ = 35
Diphenylmethan - 4,4'- Diisocyanat	
NCO-Gehalt 18 %	

20

Das Mischungsverhältnis betrug 100 Gew.Tl Polyol und 107 Gew.Tl Semiprepolymer sowie 20 Gew.Tl Wollastonit im Elastomer. Aus dem so hergestellten Kunststoff wurde ein Kunststoffformteil spritzgegossen und auf seine mechanischen Eigenschaften hin untersucht. Es wurden die nachfolgenden in Tabelle 4

25 angegebenen Ergebnisse erzielt :

Tabelle 4:

	Wollastonit mit Aminosilan	Wollastonit nach Beispiel 1
Shore D Härte nach DIN 53505	63	64
Zugfestigkeit nach DIN 53455	25	25
Bruchdehnung in % nach DIN 53455	100	130
Biege-E-Modul (Mpa) nach DIN 53457	1.600	1.800
Schwindung in % nach DIN 53464	0,5	0,4

Aus der Tabelle ist zu ersehen, daß die mechanischen Eigenschaften des Kunststoffes, in dem das Wollastonit gemäß Beispiel 1 eingesetzt wird, gegenüber den mechanischen Eigenschaften herkömmlicher verstärkter Kunststoffe, überlegen ist.

Beispiel 4

10

Herstellung eines Formteils aus Kunststoff (Polypropylen) mit verstärkendem Füllstoff Wollastonit

Es wird ein Polypropylen Copolymer hergestellt mit einem Anteil von 20 Gew.-% Wollastonit gemäß Beispiel 1 sowie mit einem Vergleichsprodukt, nämlich Wollastonit mit Alkylsilan beschichtet. Aus diesem Material wird ein Kunststoffformteil hergestellt und seine mechanischen Eigenschaften ermittelt. Es wurden die nachfolgenden in Tabelle 5 angegebenen Ergebnisse erzielt:

Tabelle 5:

	Wollastonit mit Alkylsilan	Wollastonit nach Beispiel 1
Zugfestigkeit (MPa) DIN 53455	18,4	19,1
Reißdehnung (%) DIN 53455	30,4	17,9
E-Modul (Gpa) DIN 53457	2,266	2,233
Schlagzähigkeit (Izod) (kJ/m ³)		
ohne Kerbe, Iso 180	50,4	89,0
mit Kerbe, Iso 180	19,0	23,5
Formbeständigkeit in der Wärme	123	115
HDT-B (°C) DIN 53461		

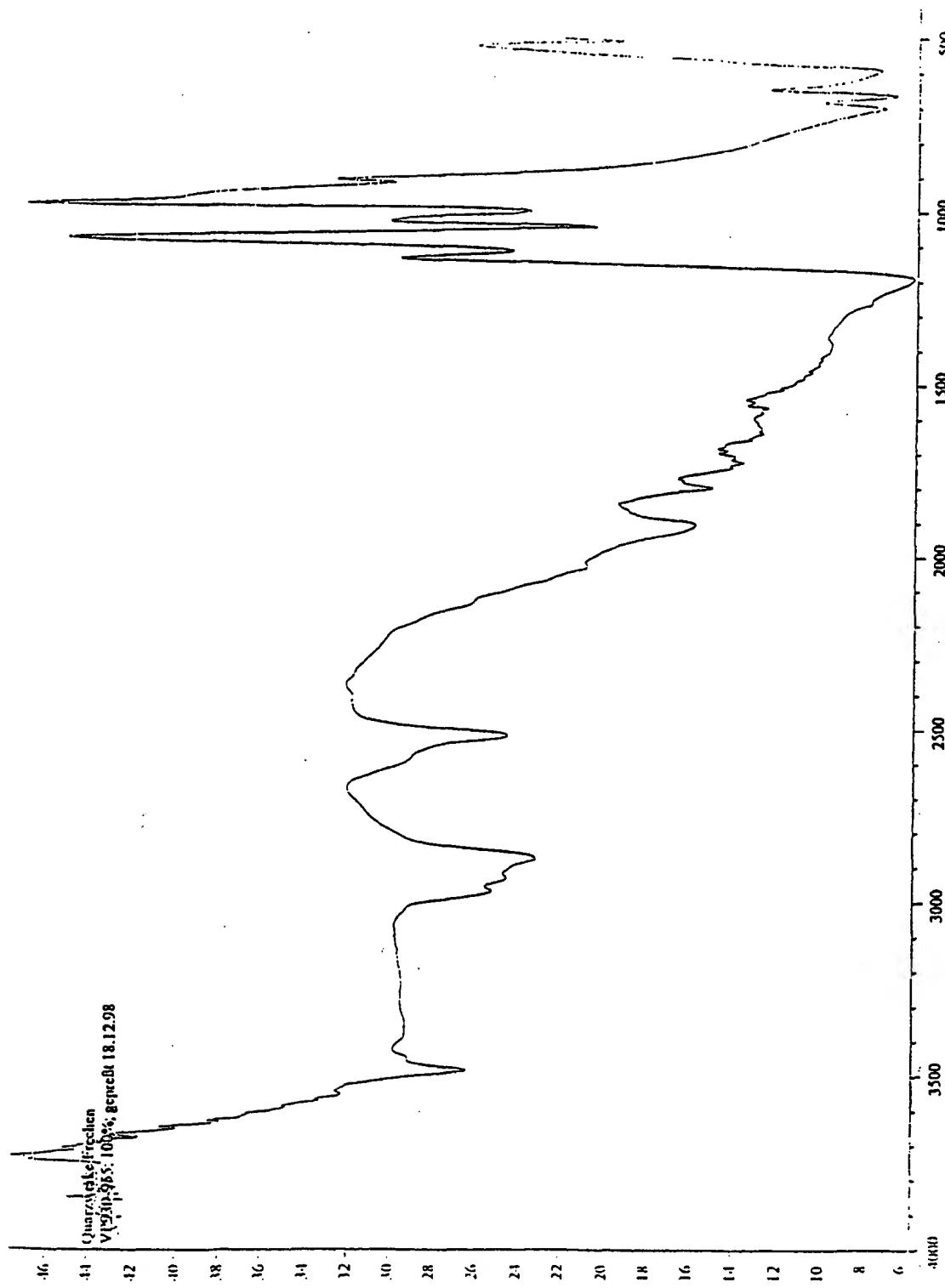
Aus der Tabelle ist zu ersehen, daß die mechanischen Eigenschaften des Kunststoffes, in dem Wollastonit gemäß Beispiel 1 eingesetzt wird, gegenüber herkömmlich verstärktem Polypropylen verbessert sind.

Patentansprüche

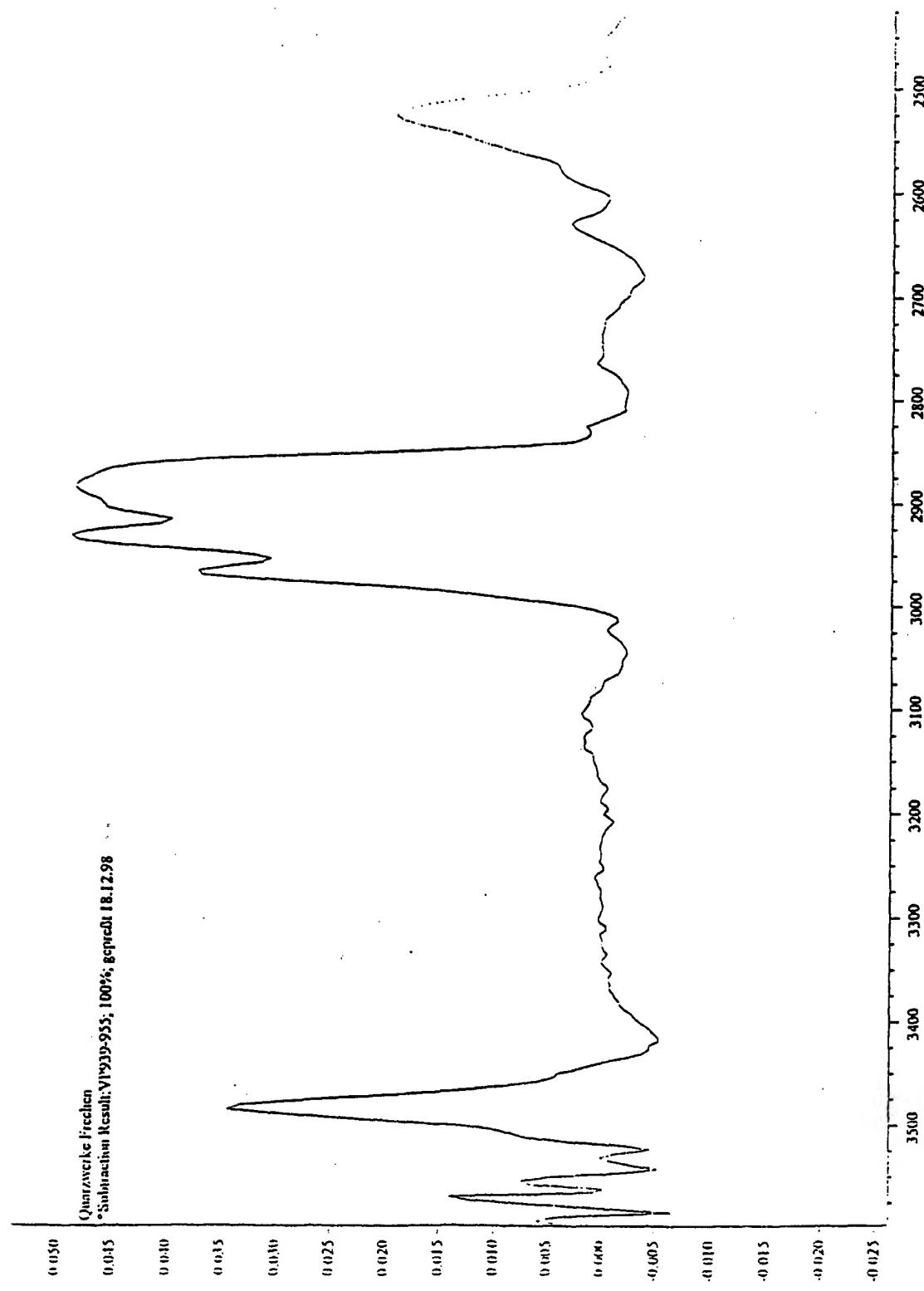
1. Verfahren zur Reduzierung des Staubverhaltens von Silikaten, **dadurch gekennzeichnet**, daß das zerkleinerte Silikat mit einem Polyorganosiloxan oberflächenbeschichtet wird.
5
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß für die Beschichtung 0,1 bis 4 Gew.-% eines Polyorganosiloxans eingesetzt werden.
- 10 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß für die Beschichtung 0,5 bis 1,5 Gew.-% eines Polyorganosiloxans eingesetzt werden.
- 15 4. Verfahren nach den Anträgen 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Polyorganosiloxan ein Polysiloxan-Polyether-Copolymer eingesetzt wird.
5. Verfahren nach den Anträgen 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Silikat Calciummetasilikat eingesetzt wird.
- 20 6. Verfahren nach den Anträgen 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Silikat Wollastonit eingesetzt wird.
7. Silikat mit reduziertem Staubverhalten, **dadurch gekennzeichnet**, daß es mit Polyorganosiloxan oberflächenbeschichtet ist und die folgenden Eigen-
25 schaften aufweist:
 - spezifische Oberfläche (DIN66132-BET) 0,5 bis 1,5 m²/g
 - Staubanteil (nach Heubach) 500 bis 1200 mg/100g
8. Silikat nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet**, daß es ein Calciumme-
30 tasilikat ist.

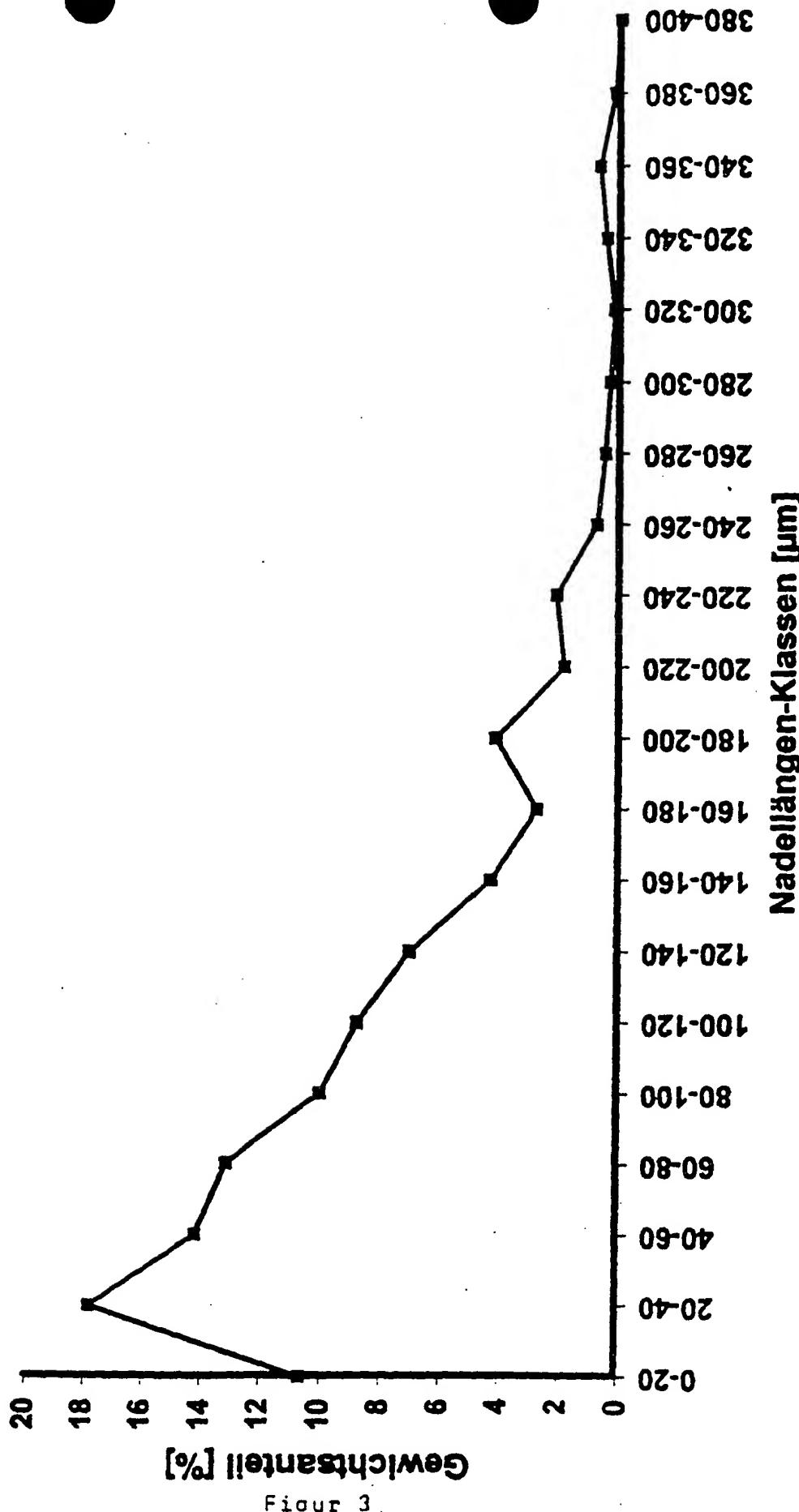
9. Silikat nach Anspruch 7 oder 8, dadurch gekennzeichnet, daß es Wollastonit ist.
10. Silikat nach den Ansprüchen 7 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß es mit 5 0,1 bis 4 Gew.-% Polyorganosiloxan oberflächenbeschichtet ist.
11. Silikat nach den Ansprüchen 7 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß es mit 0,5 bis 1,5 Gew.-% Polyorganosiloxan oberflächenbeschichtet ist.
- 10 12. Silikat nach den Anprüchen 7 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß es mit einem Polysiloxan-Polyether-Copolymer oberflächenbeschichtet ist.
13. Verwendung des Silikates nach den Ansprüchen 7 bis 12 als verstärkender Füllstoff in Kunststoffen.
- 15 14. Verwendung nach Anspruch 13 als verstärkender Füllstoff in Kunststoffen ausgewählt aus der Gruppe Polyurethan, Polyamid und Polypropylen.

Figure 1

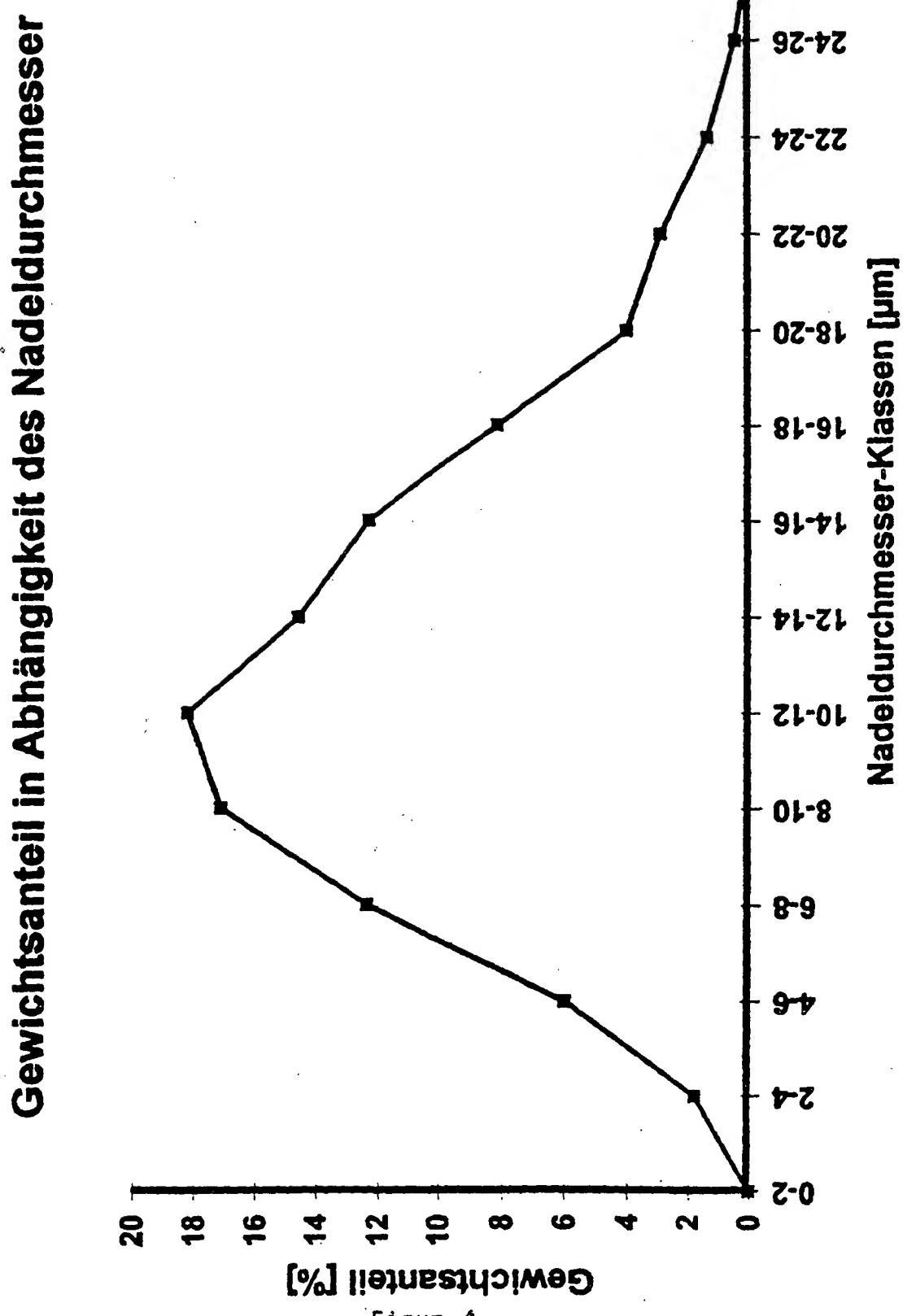


09/937387

Figur 2

Gewichtsanteil in Abhängigkeit der Nadelänge

Figur 3



Figur 4